

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-224517

(43)Date of publication of application : 13.08.2002

(51)Int.CI.

B01D 39/20  
F01N 3/02

(21)Application number : 2001-053042

(71)Applicant : IBIDEN CO LTD

(22)Date of filing : 27.02.2001

(72)Inventor : YAMAMURA NORIHIKO

(30)Priority

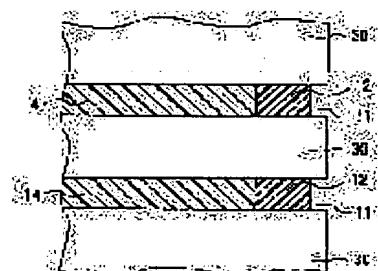
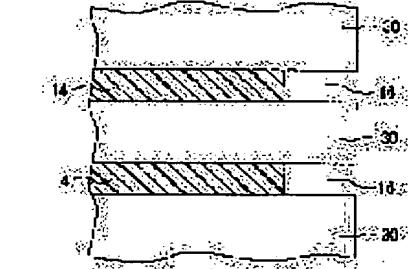
Priority number : 2000363688 Priority date : 29.11.2000 Priority country : JP

## (54) CERAMIC STRUCTURE AND METHOD FOR MANUFACTURING THE SAME

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a ceramic structure excellent in durability, not generating chipping in the end part of a porous ceramic member by the vibration or collision at the time of movement or transport and water pressure or the like at the time of regeneration treatment due to high pressure washing.

**SOLUTION:** A plurality of square pillar-shaped porous ceramic members, wherein a large number of through-holes are parallelly provided through partition walls in the longitudinal direction of the ceramic member, are bundled through an adhesive layer to obtain the honeycomb filter constituted so that the partition walls separating the through-holes function as particle collecting filters. The depth from the end surface of the ceramic structure at a part, where the adhesive layer is not formed, between the porous ceramic members is not more than 1 mm.



### LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 05.08.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

## \* NOTICES \*

**JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

**[Claim(s)]**

[Claim 1] The depth from the end face of said ceramic structure of the part in which it is the ceramic structure constituted so that the septum by which two or more porosity ceramic members by which many breakthroughs separated the septum and were installed in the longitudinal direction side by side band together through an adhesives layer, and separate said breakthrough might function as a filter for particle uptake, and said adhesives layer between said porosity ceramic members is not formed is the ceramic structure characterized by to be 1mm or less.

[Claim 2] It is the ceramic structure according to claim 1 in which an adhesives layer consists of adhesives layers B formed in the outside of the adhesives layer A and said adhesives layer A, and said adhesives layer B contains the inorganic binder, the organic binder, and the inorganic particle.

[Claim 3] Two or more porosity ceramic members by which many breakthroughs separated the septum and were installed in the longitudinal direction side by side band together through an adhesives layer. It is the manufacture approach of the ceramic structure constituted so that the septum which separates said breakthrough might function as a filter for particle uptake. Apply the adhesives paste A to the side face of said porosity ceramic member, and the process which carries out the laminating of other porosity ceramic members after said adhesives paste A is repeated. The ceramic layered product making process which finishes setting up a ceramic layered product, and the hollow clay building block making process which cuts said a part of ceramic layered product, and produces a hollow clay building block. The adhesives paste restoration process filled up with the adhesives paste B so that the depth from the end face of the ceramic structure of the adhesives non-filling part with which adhesives are not filled up into the adhesives layer agenesia part between said porosity ceramic members may be set to 1mm or less. The manufacture approach of the ceramic structure characterized by including the sealant layer formation process which forms a sealant layer in the periphery section of said hollow clay building block.

[Claim 4] The manufacture approach of the ceramic structure according to claim 2 which applies the adhesives paste B from on said masking material which sticks masking material on the ends side of a porosity ceramic member beforehand, and exists in an adhesives paste restoration process before a ceramic layered product making process at the end face of a hollow clay building block.

[Claim 5] The manufacture approach of the ceramic structure according to claim 3 or 4 using the adhesives paste B which contains an inorganic binder, an organic binder, and an inorganic particle in an adhesives paste restoration process.

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

**JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

### [Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the ceramic structure used as a filter from which the particulate in the exhaust gas discharged by the internal combustion engine etc. is removed, and its manufacture approach.

[0002]

[Description of the Prior Art] It poses a problem that the particulate contained in the exhaust gas discharged by internal combustion engines, such as cars, such as an automobile, a bus, and a truck, and a construction equipment, does damage to an environment or the body recently. By passing a porosity ceramic for this exhaust gas, the honeycomb filter which carries out uptake of the particulate in exhaust gas, and purifies exhaust gas is proposed variously.

[0003] Usually two or more porosity ceramic members 30 which were shown in drawing 1  $R > 1$  and which consist of silicon carbide etc. like the ceramic structure 10 band together through the adhesives layer 14, such a honeycomb filter constitutes a hollow clay building block 15, and the sealant layer 13 is formed in the perimeter of this hollow clay building block 15. Moreover, as this porosity ceramic member 30 was shown in drawing 2, many breakthroughs 31 are installed in a longitudinal direction side by side, and the septum 33 which separates breakthrough 31 comrades functions as a filter.

[0004] That is, as the breakthrough 31 formed in the porosity ceramic member 30 was shown in drawing 2 (b), the exhaust gas with which either the entry side of exhaust gas or the edge of an outlet side flowed into \*\*\*\*\* and the breakthrough 31 of 1 with the filler 32 flows out of other breakthroughs 31, after passing the septum 33 which surely separates a breakthrough 31.

[0005] In an exhaust gas purge, the ceramic structure 10 of such a configuration is installed in an internal combustion engine's flueway, in case the particulate in the exhaust gas discharged by the internal combustion engine passes this ceramic structure 10, it is caught by the septum 33, and exhaust gas is purified.

[0006] In case such the ceramic structure 10 is manufactured, the mixed constituent which contains a solvent, a binder, etc. first other than the ceramic particle which is a raw material is prepared, extrusion molding etc. is performed using this mixed constituent, and a ceramic Plastic solid is produced. And the porosity ceramic member 30 is manufactured by performing each processing of desiccation, cleaning, and baking to this ceramic Plastic solid.

[0007] Next, by carrying out the laminating of two or more these porosity ceramic members 30 through the adhesives paste used as the adhesives layer 14, it finishes setting up a ceramic layered product, and after desiccation, it cuts in a predetermined configuration and a hollow clay building block 15 is produced. And the ceramic structure 10 was manufactured by forming the sealant layer 13 in the periphery section of this hollow clay building block 15.

[0008] However, when it was going to manufacture the ceramic structure 10 by such approach, in the setting-up process of the above-mentioned ceramic layered product, the adhesives paste applied to the side face of the porosity ceramic member 30 might adhere to the part by which the flash and the breakthrough 31 are formed in the end-face part of the porosity ceramic member 30, and might close the breakthrough 31.

[0009] Thus, if the above-mentioned adhesives paste closes a breakthrough 31, a breakthrough 31 will become blinding and the function as a filter of the ceramic structure 10 will fall.

[0010] Then, in the setting-up process of the above-mentioned ceramic layered product, in order to prevent the blinding of the breakthrough 31 by such adhesives paste, the amount and location of an adhesives paste which

are applied to the side face of the porosity ceramic member 30 needed to be controlled so that an adhesives paste did not overflow into the end face of the porosity ceramic member 30.

[0011] Drawing 4 (a) is the partial expanded sectional view in which it was typically shown near the end face of the ceramic structure which controlled and produced the coverage and the location of an adhesives paste. As shown in drawing 4 (a), the groove adhesives layer agensis part 16 in which the adhesives layer 14 is not formed existed in the ceramic structure produced by the above-mentioned approach, and the depth from the end face of the ceramic structure of this adhesives layer agensis part 16 exceeded 1mm, and was about 10mm. Therefore, the edge of the porosity ceramic member 30 is in the condition of the adhesives layer agensis part 16 unreserved by the depth in the end face of such the ceramic structure.

[0012] When the end face of the ceramic structure was in such a condition, the ceramic structure might be originated in the water pressure at the time of regenerating the ceramic structure by the oscillation, the collision, and high voltage rinsing in the case of migration or haulage etc., and the edge of the porosity ceramic member which is in the unreserved condition might be missing.

[0013] Thus, if a chip occurs at the edge of a porosity ceramic member, opening will be formed in the part which should be plugged up with the filler, therefore the ceramic structure cannot achieve the function as a filter. Moreover, the crack might extend into other parts of a porosity ceramic member with this missing part as the starting point.

[0014]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] This invention was made in order to solve these problems, and it aims at offering the ceramic structure which is excellent in the endurance which a chip does not generate at the edge of a porosity ceramic member with the water pressure at the time of regenerating by the oscillation, the collision, and high voltage rinsing in the case of migration or haulage etc., and its manufacture approach.

[0015]

[Means for Solving the Problem] The ceramic structure of this invention is the ceramic structure constituted so that the septum by which two or more porosity ceramic members by which many breakthroughs separated the septum and were installed in the longitudinal direction side by side band together through an adhesives layer, and separate the above-mentioned breakthrough may function as a filter for particle uptake, and the depth from the end face of the above-mentioned ceramic structure of a part in which the above-mentioned adhesives layer between the above-mentioned porosity ceramic members is not formed is characterized by to be 1mm or less.

[0016] Moreover, the manufacture approach of the ceramic structure of this invention Two or more porosity ceramic members by which many breakthroughs separated the septum and were installed in the longitudinal direction side by side band together through an adhesives layer. It is the manufacture approach of the ceramic structure constituted so that the septum which separates the above-mentioned breakthrough might function as a filter for particle uptake. Apply the adhesives paste A to the side face of the above-mentioned porosity ceramic member, and the process which carries out the laminating of other porosity ceramic members after the above-mentioned adhesives paste A is repeated. The ceramic layered product making process which finishes setting up a ceramic layered product, and the hollow clay building block making process which cuts a part of above-mentioned ceramic layered product, and produces a hollow clay building block, The adhesives paste restoration process filled up with the adhesives paste B so that the depth from the end face of the ceramic structure of the adhesives non-filling part with which adhesives are not filled up into the adhesives layer agensis part between the above-mentioned porosity ceramic members may be set to 1mm or less, It is characterized by including the sealant layer formation process which forms a sealant layer in the periphery section of the above-mentioned hollow clay building block.

[0017]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, the ceramic structure and its manufacture approach of this invention are explained based on a drawing.

[0018] Introduction and the ceramic structure of this invention are explained. Two or more porosity ceramic members which, as for the ceramic structure of this invention, many breakthroughs separated the septum, and were installed in the longitudinal direction side by side band together through an adhesives layer. It is the ceramic structure constituted so that the septum which separates the above-mentioned breakthrough might function as a filter for particle uptake. The depth from the end face of the above-mentioned ceramic structure of a part (henceforth an adhesives non-filling part) in which the above-mentioned adhesives layer between the

above-mentioned porosity ceramic members is not formed is characterized by being 1mm or less.

[0019] Here, the structure of the ceramic structure of this invention can mention the same thing as the ceramic structure 10 and abbreviation which the depth from the end face of the above-mentioned ceramic structure of an adhesives non-filling part was 1mm or less, and also was shown in drawing 1. In this case, the structure of the above-mentioned porosity ceramic member is the same as that of the porosity ceramic member 30 and abbreviation. In addition, the above-mentioned porosity ceramic member may not be limited to the thing of a prism configuration which was illustrated, for example, may be configurations of arbitration, such as the shape of the shape of an elliptic cylinder, or the triangle pole.

[0020] The depth from the end face of the ceramic structure of the above-mentioned adhesives non-filling part is 1mm or less. When the above-mentioned depth exceeded 1mm and loads, such as water pressure at the time of regenerating the ceramic structure by the oscillation, the collision, and high voltage rinsing in the case of migration of the ceramic structure or haulage, are applied to the edge of a porosity ceramic member, a chip may occur at this edge.

[0021] What is not limited especially as construction material which constitutes the above-mentioned adhesives layer, for example, consists of an inorganic binder, an organic binder, an inorganic fiber, and an inorganic particle can be mentioned.

[0022] As the above-mentioned inorganic binder, a silica sol, alumina sol, etc. are mentioned, for example. These may be used independently and may use two or more sorts together. In these, a silica sol is desirable.

[0023] As the above-mentioned organic binder, a hydrophilic organic macromolecule is desirable and especially polysaccharide is desirable, for example. Specifically, polyvinyl alcohol, methyl cellulose, ethyl cellulose, a carboxymethyl cellulose, etc. are mentioned. In these, a carboxymethyl cellulose is desirable. It is because the fluidity at the time of setting up of a porosity ceramic member is secured and the outstanding adhesive property in an ordinary temperature field is shown.

[0024] As the above-mentioned inorganic fiber, silica-alumina ceramic fiber, a mullite fiber, an alumina fiber, a silica fiber, etc. can be mentioned, for example. Such an inorganic fiber can raise the bond strength of an adhesives layer by becoming entangled with an inorganic binder, an organic binder, etc.

[0025] As the above-mentioned inorganic particle, the inorganic particle of carbide and/or a nitride is desirable, for example, silicon carbide, silicon nitride, boron nitride, etc. are mentioned, for example. These carbide and nitrides have dramatically large thermal conductivity, and it contributes them to improvement in the thermal conductivity of an adhesives layer greatly.

[0026] Moreover, although little moisture, a little solvent, etc. may be included besides the inorganic binder, the organic binder, the inorganic fiber, and the inorganic particle in the adhesives layer, such moisture, a solvent, etc. usually almost disperse with heating after applying an adhesives paste etc.

[0027] Such an adhesives layer was formed between porosity ceramic members, and has pasted up these porosity ceramic members. However, it is necessary to form the above-mentioned adhesives layer so that the edge of a porosity ceramic member may not be overflowed, as explained in the above-mentioned Prior art. Therefore, it is difficult to form the above-mentioned adhesives layer so that the depth from the end face of the ceramic structure of the above-mentioned adhesives non-filling part may be set to 1mm or less. Therefore, as for the above-mentioned adhesives layer, in the ceramic structure of this invention, it is desirable to consist of adhesives layers B formed in the outside of the adhesives layer A and this adhesives layer A. It is because the depth from the end face of the ceramic structure of an adhesives non-filling part can be certainly set to 1mm or less.

[0028] Drawing 4 (b) is the partial expanded sectional view in which it was typically shown near [ in which the above-mentioned adhesives layer B was formed ] the end face of the ceramic structure of this invention, and 12 shows the adhesives layer B with which it newly filled up by the approach of mentioning later on the outside of the adhesives layer A. That is, in the adhesives non-filling part 11 which can be set in this case, when the adhesives layer agensis part 16 shown in drawing 4 (a) is filled up with the adhesives paste used as the adhesives layer B and the adhesives layer B is formed, the part with which the above-mentioned adhesives paste was not filled up is pointed out.

[0029] Although the adhesives layer B may be the thing of the same presentation as the adhesives layer (adhesives layer A) which consists of an inorganic binder which was mentioned above, an organic binder, an inorganic fiber, and an inorganic particle, it is desirable that it is a thing containing an inorganic binder, an

organic binder, and an inorganic particle. In case it becomes the thing excellent in the thermal conductivity of the adhesives layer B and the ceramic structure is regenerated with heating of a heater etc., it is because the soak nature of the end face of the ceramic structure can be raised and the regeneration rate of the ceramic structure can be raised.

[0030] In addition, why the heat conductivity of the adhesives layer B containing an inorganic binder, an organic binder, and an inorganic particle becomes a thing superior to the heat conductivity of the adhesives layer A which consists of an inorganic binder, an organic binder, an inorganic fiber, and an inorganic particle is explained in the manufacture approach of the ceramic structure of this invention mentioned later.

[0031] What was explained in the above-mentioned adhesives layer as an example of the inorganic binder contained in the above-mentioned adhesives layer B, an organic binder, and an inorganic particle, and the same thing can be mentioned.

[0032] The adhesives layer B may be rising a little from the end face of the ceramic structure, and an adhesives non-filling part will not exist in this case. In this case, as for the height from the end face of the ceramic structure to the end face of an adhesives packed bed, it is desirable that it is less than 0.5mm. If the above-mentioned height exceeds 0.5mm, in case the adhesives layer B will be formed, the adhesives paste used as this adhesives layer B serves as a flash inside the breakthrough of a porosity ceramic member, and a breakthrough may serve as blinding. Moreover, although mentioned later, when sticking masking material on the end face of a porosity ceramic member and manufacturing the ceramic structure, it becomes difficult to exfoliate the above-mentioned masking material.

[0033] Although especially the construction material of the porosity ceramic member which constitutes the ceramic structure of this invention is not limited but various ceramics are mentioned, in these, thermal resistance is large, it excels in a mechanical property and large silicon carbide of thermal conductivity is desirable.

[0034] As for the above-mentioned porosity ceramic member, it is desirable that it is what mean particle diameter becomes from the ceramic crystal which is 2-150 micrometers, and its 10-70 micrometers are more desirable. In order for the pore diameter of the pore which exists that the mean particle diameter of the above-mentioned ceramic crystal is less than 2 micrometers in the interior of a porosity ceramic member to become small too much and to start blinding immediately, functioning as a filter becomes difficult. On the other hand, when the mean particle diameter of the above-mentioned ceramic crystal exceeds 150 micrometers, the pore diameter of the pore which exists in the interior becomes large too much, and there is a possibility that the reinforcement of a porosity ceramic member may fall. Moreover, it is not so easy to manufacture the porosity ceramic member which has the open pore of a predetermined rate and has the ceramic crystal that mean particle diameter exceeds 150 micrometers itself. Moreover, as for the average pore diameter of such a porosity ceramic member, it is desirable that it is 1-40 micrometers.

[0035] Moreover, the sealant layer is formed in the periphery section of the ceramic structure of this invention. Although especially the ingredient that constitutes the above-mentioned sealant layer is not limited, either, the thing containing heat-resistant ingredients, such as an inorganic fiber and an inorganic binder, is desirable. The sealant layer may be constituted by the same ingredient as the adhesives layer A mentioned above. Moreover, although especially the configuration of the ceramic structure of this invention is not limited but the shape of a cylindrical shape and a prism configuration are also available, as shown in drawing 1, the cylindrical shape-like thing is usually used well.

[0036] Since the depth from the end face of the above-mentioned ceramic structure of an adhesives non-filling part is 1mm or less as above-mentioned, in the end face of the ceramic structure, as for the ceramic structure of this invention, the porosity ceramic member and the adhesives layer form the abbreviation same side. Therefore, the above-mentioned adhesives layer has the effectiveness of reinforcing the edge of a porosity ceramic member, and the ceramic structure of this invention becomes what a chip did not occur at the edge of a porosity ceramic member, and was excellent in endurance with the water pressure at the time of regenerating by the oscillation, the collision, and high voltage rinsing in the case of migration or haulage etc. even if it was the case where a load strong against the edge of a porosity ceramic member was applied.

[0037] Next, the manufacture approach of the ceramic structure of this invention is explained. Two or more porosity ceramic members by which many breakthroughs separated the septum and the manufacture approach of the ceramic structure of this invention was installed in the longitudinal direction side by side band together

through an adhesives layer. It is manufacture approach of the ceramic structure constituted so that the septum which separates the above-mentioned breakthrough might function as a filter for particle uptake. Apply the adhesives paste A to the side face of the above-mentioned porosity ceramic member, and the process which carries out the laminating of other porosity ceramic members after the above-mentioned adhesives paste A is repeated. The ceramic layered product making process which finishes setting up a ceramic layered product, and the hollow clay building block making process which cuts a part of above-mentioned ceramic layered product, and produces a hollow clay building block, The adhesives paste restoration process filled up with the adhesives paste B so that the depth from the end face of the ceramic structure of the adhesives non-filling part with which adhesives are not filled up into the adhesives layer agenesis part between the above-mentioned porosity ceramic members may be set to 1mm or less, It is characterized by including the sealant layer formation process which forms a sealant layer in the periphery section of the above-mentioned hollow clay building block.

[0038] In this invention, a ceramic Plastic solid is produced first. After mixing ceramic powder, a binder, and dispersion-medium liquid and preparing the mixed constituent for Plastic solid production in this process, by performing extrusion molding of this mixed constituent, the ceramic Plastic solid with which many breakthroughs separated the septum and were installed in the longitudinal direction side by side is produced, by drying this Plastic solid after this, dispersion-medium liquid is evaporated and the ceramic Plastic solid containing ceramic powder and resin is produced. In addition, little dispersion-medium liquid may be contained in this ceramic Plastic solid.

[0039] The configuration of this ceramic Plastic solid is isomorphism-like mostly with the porosity ceramic member 30 shown in drawing 2, and also may be configurations of arbitration, such as the shape of the shape of an elliptic cylinder, or the triangle pole. In addition, at this process, the part equivalent to a filler 32 serves as a cavity.

[0040] Although various ceramics are mentioned as the ceramic structure of this invention mentioned above explained as the above-mentioned ceramic powder, in these, thermal resistance is large, it excels in a mechanical property and large silicon carbide of thermal conductivity is desirable. Moreover, although especially the particle size of the above-mentioned ceramic powder is not limited, either, what has few contraction at a next baking process is desirable, for example, what combined the powder 100 weight section which has the mean particle diameter which is about 0.3-50 micrometers, and the powder 5 - 65 weight sections which have the mean particle diameter of about 0.1-1.0 micrometers is desirable.

[0041] It is not limited especially as the above-mentioned binder, for example, methyl cellulose, a carboxymethyl cellulose, hydroxyethyl cellulose, a polyethylene glycol, phenol resin, an epoxy resin, etc. can be mentioned. The loadings of the above-mentioned binder usually have desirable 1 - 10 weight section extent to the above-mentioned silicon carbide powder 100 weight section.

[0042] It is not limited especially as the above-mentioned dispersion-medium liquid, for example, alcohol [, such as an organic solvent; methanol, ], such as benzene, water, etc. can be mentioned. Optimum dose combination of the above-mentioned dispersion-medium liquid is carried out so that the viscosity of the above-mentioned resin may become fixed within the limits.

[0043] Next, the process which obturates the above-mentioned breakthrough of the produced ceramic Plastic solid in the shape of an obturation pattern with a restoration paste as an obturation process is performed. In this case, some breakthroughs are obturated with a restoration paste by contacting the breakthrough of a ceramic Plastic solid in the mask with which puncturing was formed in the shape of an obturation pattern, and making a restoration paste invade into it from puncturing of the above-mentioned mask at the above-mentioned breakthrough.

[0044] Or it will not be the mixed constituent and this appearance which were used as the above-mentioned restoration paste on the occasion of manufacture of a ceramic Plastic solid, what added the dispersion medium further to the above-mentioned mixed constituent is desirable.

[0045] Next, the process which pyrolyzes the resin in the ceramic Plastic solid produced by the above-mentioned process etc. as a cleaning process is performed. At this cleaning process, after laying the above-mentioned ceramic Plastic solid on the fixture for cleaning, it carries in to a cleaning furnace and usually heats at 400-650 degrees C under an oxygen content ambient atmosphere. Thereby, while resinous principles, such as a binder, vaporize, it decomposes and disappears and only ceramic powder remains mostly.

[0046] Next, the process which lays the degreased ceramic Plastic solid on the fixture for baking, and calcinates

it as a baking process is performed. At this baking process, the porosity ceramic member of the shape of a column by which the breakthrough of a large number as shown in drawing 2 separated the septum, and was installed in the longitudinal direction side by side is manufactured by heating the degreased ceramic Plastic solid at 2000-2200 degrees C under inert gas ambient atmospheres, such as nitrogen and an argon, and making ceramic powder sinter.

[0047] In addition, at a series of processes of resulting [ from a cleaning process ] in a baking process, the above-mentioned ceramic Plastic solid is carried on the fixture for baking, and it is desirable to perform a cleaning process and a baking process as it is. It is because it can prevent that can perform a cleaning process and a baking process efficiently, and carry, and a ceramic Plastic solid gets damaged in a substitute etc.

[0048] Next, the adhesives paste A is applied to the side face of the porosity ceramic member which carried out [ above-mentioned ] manufacture, other processes which carry out a porosity ceramic member laminating are repeated after the above-mentioned adhesives paste A, and the ceramic layered product making process which finishes setting up a ceramic layered product is performed.

[0049] What consists of what consists of the same presentation as the adhesives layer A which was excellent in bond strength and thermal resistance, and was usually explained as the above-mentioned adhesives paste A in the ceramic structure of above-mentioned this invention also with comparatively good thermal conductivity, i.e., an inorganic binder, an organic binder, an inorganic fiber, an inorganic particle, etc. is used.

[0050] Two side-faces 30a which turned to the porosity ceramic member 30 upside laid on the base 60 where the cross section was constituted by the V character configuration in this ceramic layered product making process as shown in drawing 5 , The above-mentioned adhesives paste A is used for 30b for the brush, a squeegee, a roll, etc., an about 1-10mm adhesives paste agenesis part is left and printed from the both ends of the porosity ceramic member 30, and the adhesives paste layer 61 of predetermined thickness is formed. And after forming this adhesives paste layer 61, it carries out by repeating the process which carries out the laminating of other porosity ceramic members 30, and the prismatic form ceramic layered product of predetermined magnitude is produced.

[0051] When the above-mentioned adhesives paste A is printed just before the end face of the porosity ceramic member 30, the reason for leaving the above-mentioned adhesives paste layer agenesis part, and forming the adhesives paste layer 61 here is the process which carries out the laminating of other porosity ceramic members 30, and is because the above-mentioned adhesives paste A closes a flash and a breakthrough to the end face of the porosity ceramic member 30.

[0052] Next, after using the ceramic layered product which carried out in this way and was produced as the adhesives layer A which heats on 50-150 degrees C and the conditions of 1 hour, is made to dry and harden the adhesives paste layer 61, and has a groove adhesives layer agenesis part with a depth of about 1-10mm from the end face of the above-mentioned ceramic layered product, a part of above-mentioned ceramic layered product is cut, and the hollow clay building block making process which produces the above-mentioned hollow clay building block is performed. Although especially the configuration of the hollow clay building block to produce is not limited, it is usually a cylindrical shape-like.

[0053] The approach which is not limited especially as an approach of cutting a part of above-mentioned ceramic layered product, for example, cuts the periphery section of the above-mentioned ceramic layered product using a diamond cutter etc. can be mentioned.

[0054] Next, the adhesives paste restoration process which fills up the adhesives layer agenesis part between the above-mentioned porosity ceramic members with the above-mentioned adhesives paste B is performed.

[0055] Although it consists of the same presentation as the above-mentioned adhesives paste A as the above-mentioned adhesives paste B, it is desirable that it is a paste containing an inorganic binder, an organic binder, and an inorganic particle. It is because it can become that in which especially thermal conductivity was excellent in the adhesives paste B being such a presentation, and the soak nature of the end face of the ceramic structure to manufacture can be raised, temperature distribution can hardly occur in the end face of the ceramic structure and the regeneration rate of the ceramic structure can be raised in the case of regeneration of the ceramic structure at a heater etc.

[0056] Here, although the reason the thermal conductivity of the adhesives paste B containing the above-mentioned inorganic binder, an organic binder, and an inorganic particle becomes a thing superior to the thermal conductivity of the above-mentioned adhesives paste A is not clear, it is thought that it is as follows.

The presentation of the adhesives paste A is a paste which consists of an inorganic binder, an organic binder, an inorganic fiber, and an inorganic particle, and the point of difference with the presentation of the adhesives paste B is usually whether the inorganic fiber is contained as mentioned above.

[0057] In the adhesives paste A which consists of such a presentation, it is the above-mentioned inorganic fiber's becoming entangled with the above-mentioned inorganic binder and an organic binder, and existing, and the adhesives paste's A becoming the thing excellent in that bond strength according to the effectiveness of this tangle, and placed between the front faces and the interior of the above-mentioned inorganic fiber by the above-mentioned inorganic particle, and the adhesives paste A will become comparatively good [ that thermal conductivity ].

[0058] However, although mentioned later, since this adhesives paste A is that with which it is filled up as slushes into the adhesives layer agensis part between porosity ceramic members, the above-mentioned inorganic fiber carries out orientation of it in the direction parallel to the side face of a porosity ceramic member by the floating orientation in the case of restoration. That is, since the heat which spreads between porosity ceramic members advances in the direction vertical to the orientation of the above-mentioned inorganic fiber, the inorganic fiber which carried out orientation is considered to bar progress of heat. It is thought that the adhesives paste B containing the above-mentioned inorganic binder, an organic binder, and an inorganic particle becomes that in which heat spread between porosity ceramic members very good, and especially thermal conductivity was excellent on the other hand since the above-mentioned inorganic fiber is not contained.

[0059] In addition, since the adhesives paste B of such a presentation does not contain an inorganic fiber during the presentation, naturally it is inferior to the adhesive strength which pastes up porosity ceramic members compared with the adhesives paste A. however, the adhesives paste A is formed in few several mm parts from the both ends between porosity ceramic members between porosity ceramic members -- \*\*\*\* -- since it did not pass but the adhesives paste A occupies other [ the great portion of ], the above-mentioned adhesives paste A fully secures the adhesive strength of porosity ceramic members, and problems, such as decomposition and breakage, do not produce it in the ceramic structure which bond strength falls and manufactures

[0060] It is not limited especially as an approach of filling up the adhesives layer agensis part between porosity ceramic members with the above-mentioned adhesives paste B. For example, the approach of filling it up with it using a restoration member, as stuffs the adhesives paste B into the above-mentioned adhesives layer agensis part, The adhesives paste B can be held in a tube etc., the head of the above-mentioned tube can be inserted in the above-mentioned adhesives layer agensis part, and the approach with which it is filled up while moving a tube along with an adhesives layer agensis part can be mentioned.

[0061] Moreover, in this adhesives paste restoration process, although suitably adjusted according to the depth from the end face of the hollow clay building block of the above-mentioned adhesives layer agensis part, it is necessary to adjust the amount which fills up an adhesives layer agensis part with the adhesives paste B so that the depth to the end face of the adhesives paste B with which it was filled up from the end face of a hollow clay building block may be set to 1mm or less. If the depth from the end face of a hollow clay building block to the end face of the adhesives paste B exceeds 1mm, a chip will occur at the edge of a porosity ceramic member with the water pressure at the time of regenerating the ceramic structure by the oscillation, the collision, and high voltage rinsing in the case of migration of the ceramic structure manufactured, or haulage etc.

[0062] Moreover, the adhesives paste B which carried out [ above-mentioned ] restoration may be rising a little from the end face of a hollow clay building block, and it is desirable for the height from the end face of a hollow clay building block to the end face of the adhesives paste B to be less than 0.5mm in this case. If the above-mentioned height exceeds 0.5mm, the adhesives paste B serves as a flash inside the breakthrough of a porosity ceramic member, and a breakthrough may serve as blinding. Moreover, although mentioned later, when sticking masking material on the end face of a porosity ceramic member and manufacturing the ceramic structure, it becomes difficult to exfoliate the above-mentioned masking material.

[0063] Although it is not limited especially as the above-mentioned restoration member but the thing of various gestalten can be mentioned, for example, tabular can bound on the upper and lower sides and right and left of the core material 22 of the shape of a cylinder as shown in drawing 3 , and a member 21 can mention the thing of the structure attached in the direction of a major axis of a core material 22 at parallel. In addition, drawing 3 R>3 (a) is the perspective view having shown an example of the above-mentioned restoration member typically, and (b) is the front view.

[0064] What is not limited especially as a core material 22, for example, consists of resin, a metal, a ceramic, rubber, etc. can be mentioned, the configuration may not be limited especially in the shape of a cylinder, either, but you may be a prismatic form thing. Moreover, especially the size is not limited, either but it is suitably adjusted according to the magnitude of a hollow clay building block.

[0065] It bounds and, as for a member 21, it is desirable that it is an elastic body. Although explained later, in case an adhesives layer agensis part is filled up with the adhesives paste B using the restoration member 20, it is for not damaging a hollow clay building block front face. Moreover, by bounding, especially the size of a member 21 may not be limited, it may be suitably adjusted according to the magnitude of a hollow clay building block, the number may not be limited to four, either, but you may be three or less, and may be five or more.

[0066] It is not limited especially as the above-mentioned elastic body, for example, plastics foam, such as elastomers, such as synthetic rubber and polyisobutylenes, such as styrene-butadiene rubber, butadiene rubber, polyisoprene rubber, chloroprene rubber, polyurethane rubber, and silicone rubber, and polyethylene, foaming polyurethane, form polystyrene, polyethylene foam, and polypropylene foam, other natural rubber, sponge rubber, etc. can be mentioned.

[0067] as the approach of filling up an adhesives layer agensis part with the adhesives paste B using such a restoration member 20 -- for example -- first -- 1 or 2 or more -- bounded, the adhesives paste B was made to hold to the principal plane of a member 21, and this adhesives paste B was held -- it bounds and the amount of [ of a member 21 ] long side is made to contact the end face of a hollow clay building block And rotating the restoration member 20, bounding on the end face of a hollow clay building block, and rubbing a member 21, it can bound, a member 21 can be moved along with an adhesives layer agensis part, and the approach of filling up with the adhesives paste B the adhesives layer agensis part formed near the end face of a hollow clay building block can be mentioned.

[0068] Here, masking material is beforehand stuck on the ends side of a porosity ceramic member in front of the above-mentioned ceramic layered product making process, and the approach of applying the adhesives paste B and filling up an adhesives layer agensis part with the adhesives paste B in the above-mentioned adhesives paste restoration process, from on the above-mentioned masking material which exists in the end face of a hollow clay building block, is desirable. It is because the overflowing adhesives paste B can prevent closing a breakthrough certainly when the adhesives paste B overflows into the end face of a porosity ceramic member.

[0069] What was not limited especially as the above-mentioned masking material, for example, applied the binder on the base material film can be mentioned.

[0070] Although what is not limited especially as the above-mentioned base material film, for example, consists of paper, cloth, resin, etc. can be mentioned, since it excels in thermal resistance, it is desirable that it is a base material film made of resin. In such a base material film made of resin, it is most desirable that it is a PET film. It is because it excels in thermal resistance and especially endurance.

[0071] Moreover, it is not limited especially as the above-mentioned binder, for example, rubber system binders, such as a polyisobutylene, SBR, isobutylene isoprene rubber, and chloroprene rubber, other acrylic binders, etc. can be mentioned.

[0072] Next, manufacture of the ceramic structure of this invention is ended by performing the sealant layer formation process which forms a sealant layer in the periphery section of the hollow clay building block which filled up the adhesives layer agensis part with the adhesives paste B.

[0073] The supporter material which was not limited especially as an approach of forming the above-mentioned sealant layer, for example, was equipped with the revolution means is used, the above-mentioned hollow clay building block is supported to revolve and rotated in the direction of a revolving shaft, and the lump of the sealant paste used as the above-mentioned sealant layer is made to adhere to the periphery section of a revolving hollow clay building block. And the approach of forming a sealant layer in the periphery section of a hollow clay building block can be mentioned by evaporating moisture by extending a sealant paste using plate-like part material etc., forming a sealant paste layer, and making it dry by next, for example, the temperature of 120 degrees C or more. In addition, in the desiccation process of this sealant paste layer, the adhesives paste B filled up with the before process into the adhesives layer agensis part is dried simultaneously.

[0074] The paste which is not limited especially as the above-mentioned sealant paste, for example, consists of the same presentation as the above-mentioned adhesives paste A can be mentioned.

[0075] By carrying out each process of the manufacture approach of the ceramic structure of this invention explained above, the ceramic structure whose depth from the end face of the ceramic structure of an adhesives non-filling part is 1mm or less can be manufactured. That is, even if it is the case where a load strong against the edge of the porosity ceramic member which constitutes the ceramic structure is applied with the water pressure at the time of regenerating the ceramic structure by using the manufacture approach of the ceramic structure of this invention by the oscillation, the collision, and high voltage rinsing in the case of migration or haulage etc., the ceramic structure excellent in the endurance which a chip does not generate at the above-mentioned edge can be manufactured.

[0076]

[Example] Although an example is hung up over below and this invention is explained to it in more detail, this invention is not limited only to these examples.

[0077] The mixed constituent of a raw material was prepared by blending the alpha mold silicon carbide powder 70 weight section with example 1 mean particle diameter of 10 micrometers, the beta mold silicon carbide powder 30 weight section with a mean particle diameter of 0.7 micrometers, the methyl cellulose 5 weight section, the dispersant 4 weight section, and the water 20 weight section, and mixing to homogeneity. The extruding press machine was filled up with this mixed constituent, and the silicon carbide Plastic solid of a honeycomb configuration was produced in extrusion rate 1000 mm/min. This silicon carbide Plastic solid is the same as that of the porosity ceramic member 30 shown in drawing 2 almost, that magnitude is 33mmx33mmx300mm, and the number of breakthroughs is 31-/cm<sup>2</sup>. The thickness of a septum was 0.35mm.

[0078] The porosity silicon carbide member was manufactured by drying this silicon carbide Plastic solid using the dryer by microwave or hot blast, considering as a silicon carbide Plastic solid desiccation object, degreasing at 450 degrees C, after using the above-mentioned mixed constituent and the bulking agent paste of this component for this desiccation object and filling it up with a bulking agent in the predetermined part of the breakthrough of a silicon carbide sintered compact, and carrying out heating baking at 2200 degrees C further.

[0079] Next, the masking material (NITTO DENKO [ CORP. ] make: No.315) which consists of a PET film which applied the thermosetting rubber system binder as a binder was stuck on the ends side of the above-mentioned porosity silicon carbide member.

[0080] Next, 24 % of the weight of silicon carbide particles and 18 % of the weight of water were mixed and kneaded [ as 18 % of the weight (the content of SiO<sub>2</sub> in a sol: 30 % of the weight) of silica sols, and an organic binder ] as an inorganic binder as 36 % of the weight (shot content of 3%, fiber length of 0.1-100mm) of silica-alumina ceramic fiber, and an inorganic particle as 4 % of the weight of carboxymethyl celluloses, and an inorganic fiber, and the adhesives paste was prepared.

[0081] Next, leave a 5mm adhesives paste agensis part to the side face of a porosity silicon carbide member which manufactured from an end face, apply the above-mentioned adhesives paste to it, and an adhesives layer is formed in it. After having repeated the process from formation of a glue line to the laminating of a porosity silicon carbide member after carrying out the laminating of other porosity silicon carbide members on this adhesives layer, and finishing setting up four length and the porosity silicon carbide member of four width, it was made to dry and harden in 100 degrees C and 1 hour, and the ceramic layered product was produced.

[0082] And this produced ceramic layered product was cut with a diameter of 143mm in the shape of a cylinder using the diamond cutter, and the hollow clay building block was produced. In addition, the maximum depth of the adhesives layer agensis part formed near the end face of this hollow clay building block was 5mm.

[0083] Next, the above-mentioned adhesives layer agensis part was filled up with the above-mentioned adhesives paste using the restoration member shown in drawing 3 from on the masking material which exists in the end face of the above-mentioned hollow clay building block.

[0084] And the sealant paste layer which becomes the periphery section of the above-mentioned hollow clay building block from the same presentation as the above-mentioned glue line was formed, and the ceramic structure which consists of porosity silicon carbide was manufactured by exfoliating the backward above-mentioned masking material which dried the above-mentioned sealant paste layer and was used as the sealant layer. The maximum depth of the adhesives non-filling part of the end face of the ceramic structure concerning this example 1 was 1mm.

[0085] The adhesives paste B which mixed and kneaded 45 % of the weight of silicon carbide particles and 25 % of the weight of water into the example 2 adhesives layer agensis part, and prepared it as an inorganic

binder into it as 5 % of the weight, carboxymethyl celluloses and an inorganic particle as 25 % of the weight (the content of SiO<sub>2</sub> in a sol: 30 % of the weight) of silica sols and an organic binder was used, and also the ceramic structure was manufactured like the example 1. The maximum depth of the adhesives non-filling part of the end face of the ceramic structure concerning this example 2 was 1mm.

[0086] The ceramic structure which applied the adhesives paste even to the abbreviation end face of a porosity silicon carbide member, and the adhesives paste layer was formed when not sticking masking material on the end face of an example of comparison 1 porosity silicon carbide member but finishing setting up this porosity silicon carbide member, and also consists of porosity silicon carbide like an example 1 was manufactured. In addition, the maximum depth of the adhesives non-filling part of the end face of the ceramic structure concerning the example 1 of a comparison was 2mm.

[0087] An example of comparison 2 adhesives paste restoration process was not performed, and also the ceramic structure was manufactured like the example 1. In addition, the maximum depth of the adhesives non-filling part of the end face of the ceramic structure concerning the example 2 of a comparison was 5mm.

[0088] The following approaches estimated the existence of the blinding of the breakthrough which exists in the end face of the ceramic structure concerning examples 1 and 2 and the examples 1 and 2 of a comparison, the existence of generating of a chip, endurance, and the soak nature of an end face, and the result was shown in the following table 1.

[0089] (1) It checked by viewing about whether blinding has occurred in the breakthrough which exists in the end face of each ceramic structure in which blinding carried out existence manufacture.

[0090] (2) It checked by viewing whether the chip would have occurred in the corner of the edge of the porosity silicon carbide member which constitutes the ceramic structure from the oscillation and collision in the case of the migration of each ceramic structure in which generating of a chip carried out existence manufacture, or haulage.

[0091] (3) It checked by viewing whether a chip would occur at the edge of the porosity silicon carbide member which constitutes each ceramic structure by performing rinsing processing with the same water pressure of 10MPa(s) as high voltage rinsing performed to each ceramic structure in which endurance carried out assessment manufacture at the time of regeneration of the ceramic structure.

[0092] (4) The end face of each ceramic structure in which the soak nature of an end face carried out assessment manufacture was heated to 900 degrees C using the heater, the maximum temperature and minimum temperature in the end face were measured with the thermostat viewer, and it checked whether temperature distribution would occur.

[0093]

[A table 1]

	接着剤未充填部分 の深さ(mm)	目詰まり の有無	欠け又はクラックの有無		温度差 (°C)
			振動、衝突時	高圧水洗時	
実施例1	1	無	無	無	50
実施例2	1	無	無	無	25
比較例1	2	有	無	無	70
比較例2	5	無	有	有	100

[0094] The ceramic structure concerning examples 1 and 2 was excellent in the endurance to which blinding does not occur in the breakthrough which exists in the end face, and a chip does not generate the above-mentioned ceramic structure in a porosity silicon carbide member with the water pressure at the time of the oscillation, the collision, and high voltage rinsing processing in the case of migration or haulage so that clearly from the result shown in a table 1. on the other hand, although it was, since [ of having excelled in the endurance to which a chip does not generate this ceramic structure in a porosity silicon carbide member with the water pressure at the time of the oscillation, the collision, and high voltage rinsing processing in the case of migration or haulage ] blinding had occurred in the breakthrough, the ceramic structure concerning the example 1 of a comparison was a thing inferior to the particulate collection efficiency as a filter. Moreover, the ceramic structure concerning the example 2 of a comparison was what a chip generates the above-mentioned ceramic structure in a porosity silicon carbide member with the water pressure at the time of the oscillation, the collision, and high voltage rinsing processing in the case of migration or haulage, and is inferior to endurance, although blinding was not checked by the breakthrough.

[0095] Moreover, although the [redacted] temperature gradient in the end face of the ceramic structure concerning an example 2 is 25 degrees C as a result of heating the end face of each ceramic structure to 900 degrees C and measuring the temperature gradient of the maximum temperature and minimum temperature in the end face as shown in a table 1, and heated by abbreviation homogeneity, the temperature gradient in the end face of the ceramic structure concerning an example 1 and the example 1 of a comparison is 50-70 degrees C, and some temperature distribution were checked. Moreover, the temperature gradient of the maximum temperature and minimum temperature in the end face of the ceramic structure concerning the example 2 of a comparison is 100 degrees C, and temperature distribution were checked clearly.

[0096]

[Effect of the Invention] As mentioned above, since the depth from the end face of the above-mentioned ceramic structure of an adhesives non-filling part of the ceramic structure of this invention is 1mm or less as explained, the above-mentioned adhesives layer presents the effectiveness of reinforcing the edge of a porosity ceramic member, and even if it is the case where a load strong against the edge of the above-mentioned porosity ceramic member is applied, it becomes the thing excellent in the endurance which a chip does not generate at the above-mentioned edge.

[0097] Moreover, since the manufacture approach of the ceramic structure of this invention is as having mentioned above, it can manufacture the ceramic structure whose depth from the end face of the ceramic structure of an adhesives non-filling part is 1mm or less. That is, even if it is the case where a load strong against the edge of the porosity ceramic member which constitutes the ceramic structure by using the manufacture approach of the ceramic structure of this invention is applied, the ceramic structure excellent in the endurance which a chip does not generate at the above-mentioned edge can be manufactured.

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and NCIPPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

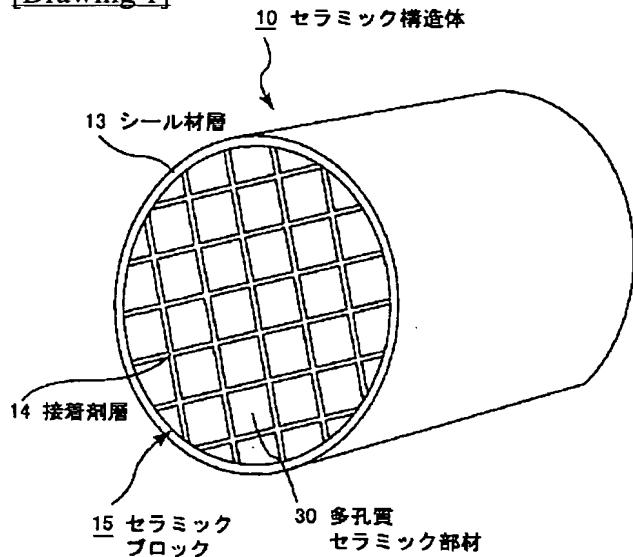
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

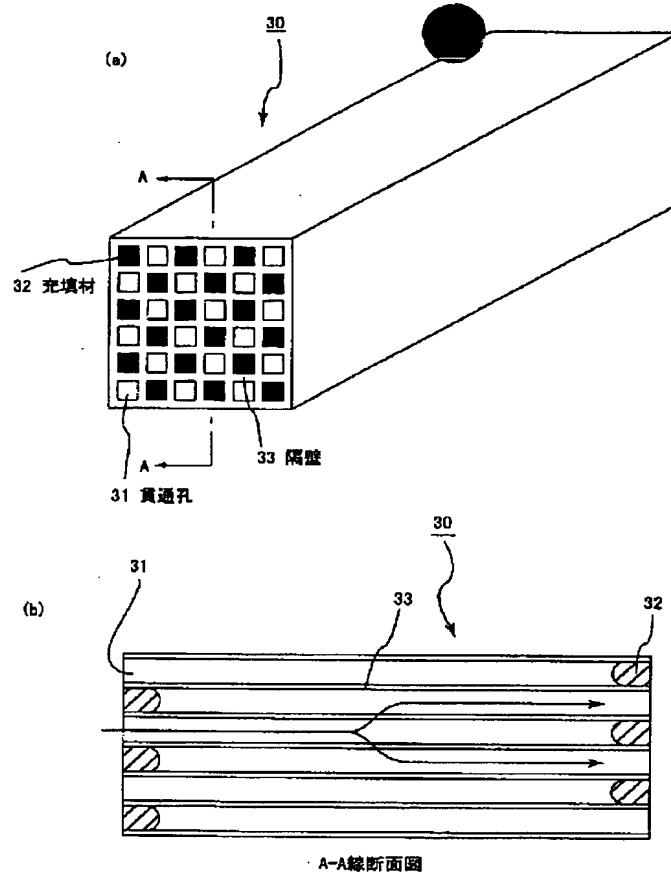
DRAWINGS

---

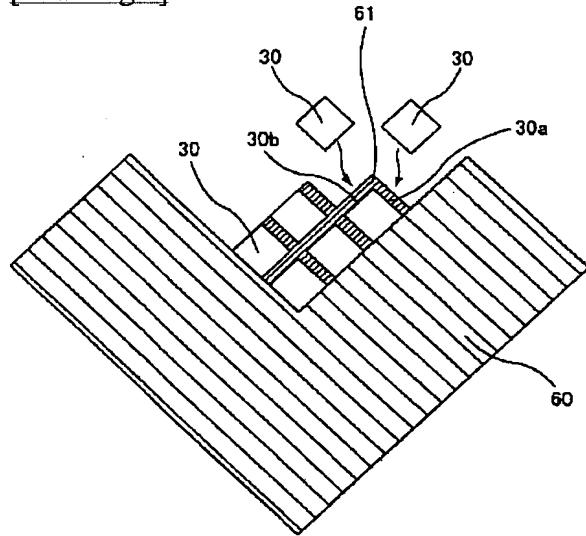
## [Drawing 1]



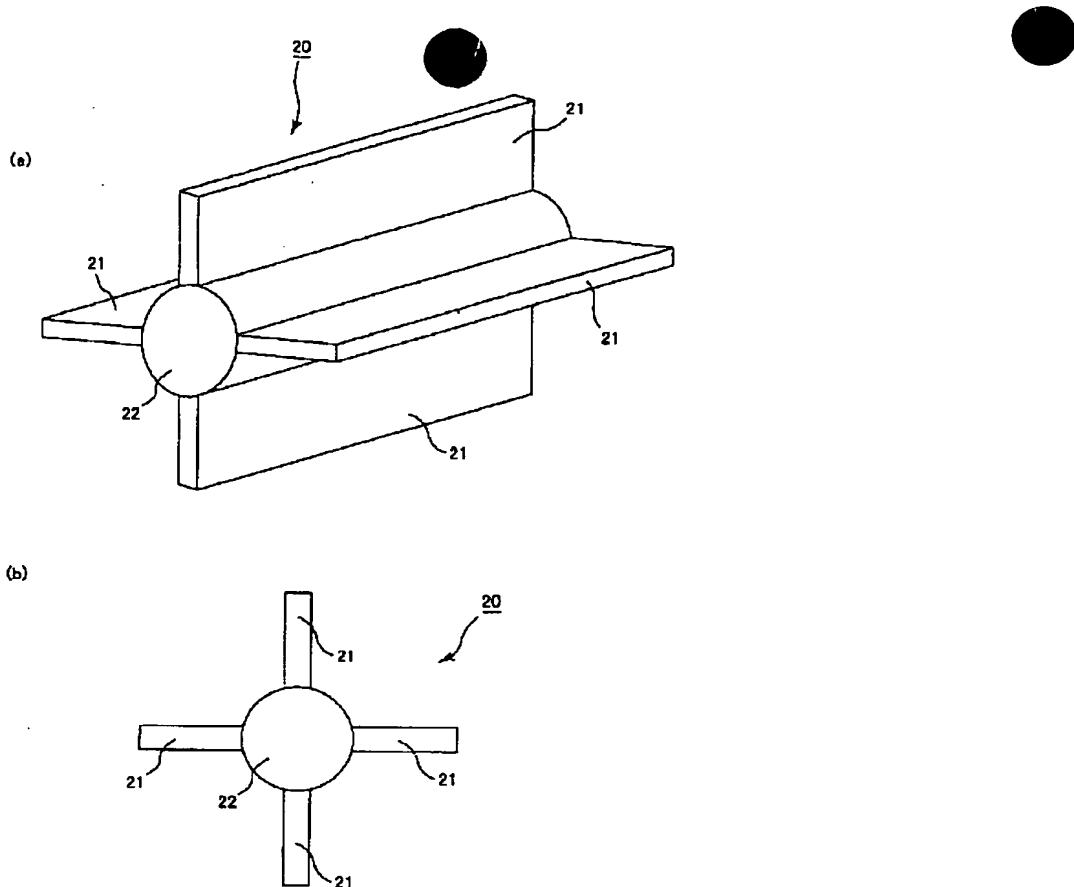
## [Drawing 2]



[Drawing 5]

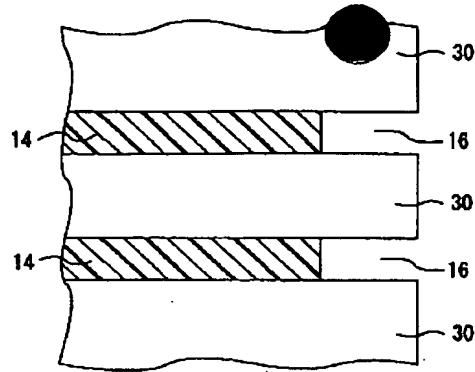


[Drawing 3]

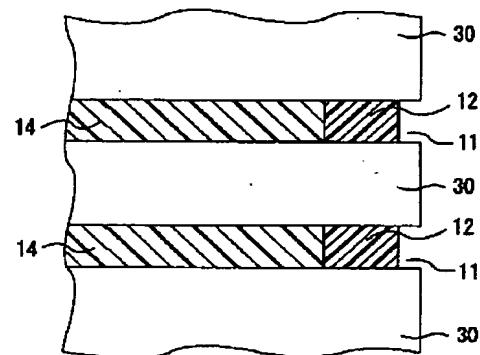


[Drawing 4]

(a)



(b)



---

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-224517

(P2002-224517A)

(43) 公開日 平成14年8月13日(2002.8.13)

(51) Int. C1. 7  
B 01 D 39/20  
F 01 N 3/02 3 0 1

F I  
B 01 D 39/20  
F 01 N 3/02 3 0 1 B 4D019

テーマコード(参考)

審査請求 未請求 請求項の数 5

OL

(全11頁)

(21) 出願番号 特願2001-53042 (P2001-53042)  
(22) 出願日 平成13年2月27日 (2001.2.27)  
(31) 優先権主張番号 特願2000-363688 (P2000-363688)  
(32) 優先日 平成12年11月29日 (2000.11.29)  
(33) 優先権主張国 日本 (JP)

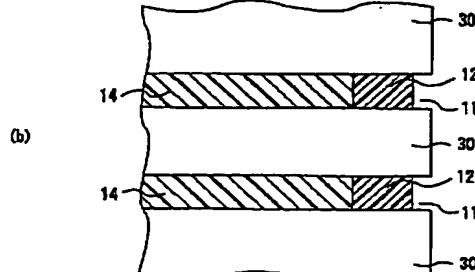
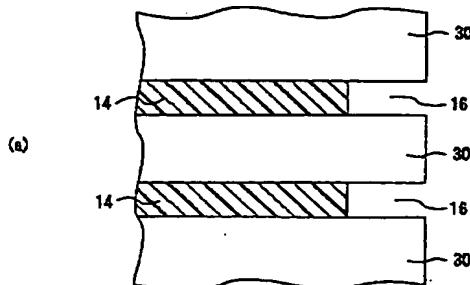
(71) 出願人 000000158  
イビデン株式会社  
岐阜県大垣市神田町2丁目1番地  
(72) 発明者 山村 篤彦  
岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1-1 イビデン  
株式会社大垣北工場内  
(74) 代理人 100086586  
弁理士 安富 康男 (外2名)  
F ターム(参考) 3G090 AA02  
4D019 AA01 BA05 BB10 BC09 CA01

(54) 【発明の名称】セラミック構造体及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 移動や運搬の際の振動や衝突、及び、高圧水洗により再生処理を行う際の水圧等によって多孔質セラミック部材の端部に欠けが発生することのない、耐久性に優れるセラミック構造体を提供する。

【解決手段】 多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された多孔質セラミック部材が接着剤層を介して複数個結束され、上記貫通孔を隔てる隔壁が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成されたセラミック構造体であって、上記多孔質セラミック部材間の上記接着剤層が形成されていない部分の上記セラミック構造体の端面からの深さは、1mm以下であることを特徴とするセラミック構造体。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された多孔質セラミック部材が接着剤層を介して複数個結束され、前記貫通孔を隔てる隔壁が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成されたセラミック構造体であって、前記多孔質セラミック部材間の前記接着剤層が形成されていない部分の前記セラミック構造体の端面からの深さは、1mm以下であることを特徴とするセラミック構造体。

【請求項2】 接着剤層は、接着剤層Aと前記接着剤層Aの外側に形成された接着剤層Bとから構成され、前記接着剤層Bは、無機バインダー、有機バインダー及び無機粒子を含んでいる請求項1記載のセラミック構造体。

【請求項3】 多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された多孔質セラミック部材が接着剤層を介して複数個結束され、前記貫通孔を隔てる隔壁が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成されたセラミック構造体の製造方法であって、前記多孔質セラミック部材の側面に、接着剤ペーストAを塗布し、前記接着剤ペーストAの上に他の多孔質セラミック部材を積層する工程を繰り返して、セラミック積層体を組み上げるセラミック積層体作製工程と、前記セラミック積層体の一部を切削し、セラミックブロックを作製するセラミックブロック作製工程と、前記多孔質セラミック部材間の接着剤層非形成部分に、接着剤が充填されていない接着剤未充填部分のセラミック構造体の端面からの深さが1mm以下となるように接着剤ペーストBを充填する接着剤ペースト充填工程と、前記セラミックブロックの外周部にシール材層を形成するシール材層形成工程とを含むことを特徴とするセラミック構造体の製造方法。

【請求項4】 セラミック積層体作製工程の前に、予め多孔質セラミック部材の両端面にマスキング材を貼り付けておき、接着剤ペースト充填工程において、セラミックブロックの端面に存在する前記マスキング材の上から、接着剤ペーストBを塗布する請求項2記載のセラミック構造体の製造方法。

【請求項5】 接着剤ペースト充填工程において、無機バインダー、有機バインダー及び無機粒子を含む接着剤ペーストBを用いる請求項3又は4記載のセラミック構造体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、内燃機関から排出される排気ガス中のパティキュレート等を除去するフィルタとして用いられるセラミック構造体及びその製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 自動車、バス、トラック等の車両や建設機械等の内燃機関から排出される排気ガス中に含有されるパティキュレートが環境や人体に害を及ぼすことが最

近問題となっている。この排気ガスを多孔質セラミックを通過させることにより、排気ガス中のパティキュレートを捕集して排気ガスを浄化するハニカムフィルタが種々提案されている。

【0003】 このようなハニカムフィルタは、通常、図1に示したセラミック構造体10のように、炭化珪素等からなる多孔質セラミック部材30が接着剤層14を介して複数個結束されてセラミックブロック15を構成し、このセラミックブロック15の周囲にシール材層13が形成されている。また、この多孔質セラミック部材30は、図2に示したように、長手方向に多数の貫通孔31が並設され、貫通孔31同士を隔てる隔壁33がフィルタとして機能するようになっている。

【0004】 即ち、多孔質セラミック部材30に形成された貫通孔31は、図2(b)に示したように、排気ガスの入り口側又は出口側の端部のいずれかが充填材32により封じられ、一の貫通孔31に流入した排気ガスは、必ず貫通孔31を隔てる隔壁33を通過した後、他の貫通孔31から流出されるようになっている。

【0005】 排気ガス浄化装置では、このような構成のセラミック構造体10が内燃機関の排気通路に設置され、内燃機関より排出された排気ガス中のパティキュレートは、このセラミック構造体10を通過する際に隔壁33により捕捉され、排気ガスが浄化される。

【0006】 このようなセラミック構造体10を製造する際には、まず、原料であるセラミック粒子の他に溶剤やバインダー等を含む混合組成物を調製し、この混合組成物を用いて押出成形等を行いセラミック成形体を作製する。そして、このセラミック成形体に乾燥、脱脂、焼成の各処理を施すことで多孔質セラミック部材30を製造する。

【0007】 次に、この多孔質セラミック部材30を接着剤層14となる接着剤ペーストを介して複数個積層することによりセラミック積層体を組み上げ、乾燥後、所定形状に切削してセラミックブロック15を作製する。そして、このセラミックブロック15の外周部にシール材層13を形成することによりセラミック構造体10を製造していた。

【0008】 しかしながら、このような方法でセラミック構造体10を製造しようとすると、上記セラミック積層体の組み上げ工程において、多孔質セラミック部材30の側面に塗布した接着剤ペーストが多孔質セラミック部材30の端面部分にはみ出し、貫通孔31が形成されている部分に付着し、貫通孔31を塞いでしまうことがあった。

【0009】 このように上記接着剤ペーストが、貫通孔31を塞いでしまうと、貫通孔31は閉まりとなり、セラミック構造体10のフィルタとしての機能が低下してしまう。

【0010】 そこで、このような接着剤ペーストによる

貫通孔31の目詰まりを防止するために、上記セラミック積層体の組み上げ工程において、接着剤ペーストが多孔質セラミック部材30の端面にはみ出さないように、多孔質セラミック部材30の側面に塗布する接着剤ペーストの量及び位置を制御する必要があった。

【0011】図4(a)は、接着剤ペーストの塗布量及び位置を制御して作製したセラミック構造体の端面近傍を模式的に示した部分拡大断面図である。図4(a)に示したように、上記方法で作製したセラミック構造体には、接着剤層14が形成されていない溝状の接着剤層非形成部分16が存在しており、この接着剤層非形成部分16のセラミック構造体の端面からの深さは、1mmを超えて10mm程度であった。従って、このようなセラミック構造体の端面では、多孔質セラミック部材30の端部が、接着剤層非形成部分16の深さ分だけ剥き出しの状態となっている。

【0012】セラミック構造体の端面がこのような状態であると、セラミック構造体を移動や運搬の際の振動や衝突、及び、高圧水洗によりセラミック構造体の再生処理を行う際の水圧等に起因して、剥き出しの状態となっている多孔質セラミック部材の端部が欠けてしまうことがあった。

【0013】このように、多孔質セラミック部材の端部に欠けが発生すると、充填材により塞がれているはずの部分に開口が形成されてしまい、そのため、セラミック構造体は、フィルタとしての機能を果たすことができない。また、この欠けた部分を起点として多孔質セラミック部材の他の部分にもクラックが伸展してしまうこともあった。

#### 【0014】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、これらの問題を解決するためになされたもので、移動や運搬の際の振動や衝突、及び、高圧水洗により再生処理を行う際の水圧等によって多孔質セラミック部材の端部に欠けが発生することのない、耐久性に優れるセラミック構造体およびその製造方法を提供することを目的とする。

#### 【0015】

【課題を解決するための手段】本発明のセラミック構造体は、多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された多孔質セラミック部材が接着剤層を介して複数個結束され、上記貫通孔を隔てる隔壁が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成されたセラミック構造体であって、上記多孔質セラミック部材間の上記接着剤層が形成されていない部分の上記セラミック構造体の端面からの深さは、1mm以下であることを特徴とする。

【0016】また、本発明のセラミック構造体の製造方法は、多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された多孔質セラミック部材が接着剤層を介して複数個結束され、上記貫通孔を隔てる隔壁が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成されたセラミック構造体の製造

方法であって、上記多孔質セラミック部材の側面に、接着剤ペーストAを塗布し、上記接着剤ペーストAの上に他の多孔質セラミック部材を積層する工程を繰り返して、セラミック積層体を組み上げるセラミック積層体作製工程と、上記セラミック積層体の一部を切削し、セラミックブロックを作製するセラミックブロック作製工程と、上記多孔質セラミック部材間の接着剤層非形成部分に、接着剤が充填されていない接着剤未充填部分のセラミック構造体の端面からの深さが1mm以下となるよう

10 10に接着剤ペーストBを充填する接着剤ペースト充填工程と、上記セラミックブロックの外周部にシール材層を形成するシール材層形成工程とを含むことを特徴とする。

#### 【0017】

【発明の実施の形態】以下、本発明のセラミック構造体及びその製造方法について、図面に基づいて説明する。

【0018】初めに、本発明のセラミック構造体について説明する。本発明のセラミック構造体は、多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された多孔質セラミック部材が接着剤層を介して複数個結束され、上記貫通孔を隔てる隔壁が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成されたセラミック構造体であって、上記多孔質セラミック部材間の上記接着剤層が形成されていない部分(以下、接着剤未充填部分ともいう)の上記セラミック構造体の端面からの深さは、1mm以下であることを特徴とする。

【0019】ここで、本発明のセラミック構造体の構造は、接着剤未充填部分の上記セラミック構造体の端面からの深さが1mm以下であるほかは、例えば、図1に示したセラミック構造体10と略同様のものを挙げることができる。この場合、上記多孔質セラミック部材の構造は、多孔質セラミック部材30と略同様である。なお、上記多孔質セラミック部材は、図示したような角柱形状のものに限定されず、例えば、橢円柱状や三角柱状等任意の形状であってよい。

【0020】上記接着剤未充填部分のセラミック構造体の端面からの深さは1mm以下である。上記深さが、1mmを超えると、セラミック構造体の移動や運搬の際の振動や衝突、及び、高圧水洗によりセラミック構造体の再生処理を行う際の水圧等の負荷が多孔質セラミック部材の端部にかかった際、該端部に欠けが発生することがある。

【0021】上記接着剤層を構成する材質としては特に限定されず、例えば、無機バインダー、有機バインダー、無機纖維及び無機粒子からなるもの等を挙げることができる。

【0022】上記無機バインダーとしては、例えば、シリカゾル、アルミナゾル等が挙げられる。これらは、単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。これらのなかでは、シリカゾルが好ましい。

50 【0023】上記有機バインダーとしては、例えば、親

水性有機高分子が望ましく、特に多糖類が望ましい。具体的には、ポリビニルアルコール、メチルセルロース、エチルセルロース、カルボキシメチルセルロース等が挙げられる。これらの中では、カルボキシメチルセルロースが好ましい。多孔質セラミック部材の組み上げ時の流動性を確保し、常温領域での優れた接着性を示すからである。

【0024】上記無機繊維としては、例えば、シリカアルミナセラミックファイバー、ライトファイバー、アルミナファイバー及びシリカファイバー等を挙げることができる。このような無機繊維は、無機バインダーや有機バインダー等と絡み合うことで、接着剤層の接着強度を向上させることができる。

【0025】上記無機粒子としては、例えば、炭化物及び/又は窒化物の無機粒子が望ましく、例えば、炭化珪素、窒化珪素、窒化硼素等が挙げられる。これらの炭化物や窒化物は、熱伝導率が非常に大きく、接着剤層の熱伝導率の向上に大きく寄与する。

【0026】また、接着剤層中には、無機バインダー、有機バインダー、無機繊維及び無機粒子のほかに、少量の水分や溶剤等を含んでいてもよいが、このような水分や溶剤等は、通常、接着剤ペーストを塗布した後の加熱等により殆ど飛散する。

【0027】このような接着剤層は多孔質セラミック部材間に形成され、該多孔質セラミック部材同士を接着している。しかしながら、上記従来の技術において説明した通り、上記接着剤層は、多孔質セラミック部材の端部からはみ出すことがないように形成する必要がある。そのため、上記接着剤未充填部分のセラミック構造体の端面からの深さが1mm以下となるように、上記接着剤層を形成することは困難である。従って、本発明のセラミック構造体において、上記接着剤層は、接着剤層Aと該接着剤層Aの外側に形成された接着剤層Bとから構成されていることが望ましい。確実に接着剤未充填部分のセラミック構造体の端面からの深さを1mm以下とすることができるからである。

【0028】図4(b)は、上記接着剤層Bが形成された本発明のセラミック構造体の端面近傍を模式的に示した部分拡大断面図であり、12は、接着剤層Aの外側に、後述する方法により、新たに充填された接着剤層Bを示している。即ち、この場合における接着剤未充填部分11とは、図4(a)に示した接着剤層非形成部分16に、接着剤層Bとなる接着剤ペーストを充填して接着剤層Bを形成した際、上記接着剤ペーストが充填されなかつた部分を指す。

【0029】接着剤層Bは、上述したような、無機バインダー、有機バインダー、無機繊維及び無機粒子からなる接着剤層(接着剤層A)と同様の組成のものであってもよいが、無機バインダー、有機バインダー及び無機粒子を含んでいるものであることが望ましい。接着剤層B

の熱伝導率が優れたものとなり、ヒーター等の加熱によりセラミック構造体の再生処理を行う際、セラミック構造体の端面の均熱性を向上させることができ、セラミック構造体の再生率を向上させることができるからである。

【0030】なお、無機バインダー、有機バインダー及び無機粒子を含んでいる接着剤層Bの熱伝導率が、無機バインダー、有機バインダー、無機繊維及び無機粒子からなる接着剤層Aの熱伝導率よりも優れたものとなる理由については、後述する本発明のセラミック構造体の製造方法において説明する。

【0031】上記接着剤層Bに含まれる無機バインダー、有機バインダー及び無機粒子の具体例としては、上記接着剤層において説明したものと同様のものを挙げることができる。

【0032】接着剤層Bは、セラミック構造体の端面から若干盛り上がっていてもよく、この場合には、接着剤未充填部分は存在しないことになる。この場合、セラミック構造体の端面から接着剤充填層の端面までの高さは、0.5mm以内であることが望ましい。上記高さが0.5mmを超えると、接着剤層Bを形成する際に、該接着剤層Bとなる接着剤ペーストが多孔質セラミック部材の貫通孔の内部にはみ出し、貫通孔が目詰まりとなる場合がある。また、後述するが、多孔質セラミック部材の端面にマスキング材を貼り付けてセラミック構造体を製造する場合、上記マスキング材を剥離することが困難となる。

【0033】本発明のセラミック構造体を構成する多孔質セラミック部材の材質は特に限定されず、種々のセラミックが挙げられるが、これらの中では、耐熱性が大きく、機械的特性に優れ、かつ、熱伝導率も大きい炭化珪素が好ましい。

【0034】上記多孔質セラミック部材は、平均粒径が2~150μmのセラミック結晶からなるものであることが望ましく、10~70μmがより望ましい。上記セラミック結晶の平均粒径が2μm未満であると、多孔質セラミック部材の内部に存在する気孔の気孔径が小さくなりすぎ、直ぐに目詰まりを起こすため、フィルタとして機能することが困難となる。一方、上記セラミック結晶の平均粒径が150μmを超えると、その内部に存在する気孔の気孔径が大きくなりすぎ、多孔質セラミック部材の強度が低下してしまうおそれがある。また、所定の割合の開放気孔を有し、平均粒径が150μmを超えるようなセラミック結晶を有する多孔質セラミック部材を製造すること自体が余り容易でない。また、このような多孔質セラミック部材の平均気孔径は1~40μmであることが望ましい。

【0035】また、本発明のセラミック構造体の外周部にはシール材層が形成されている。上記シール材層を構成する材料も特に限定されるものではないが、無機織

維、無機バインダー等の耐熱性の材料を含むものが好ましい。シール材層は、上述した接着剤層Aと同じ材料により構成されていてもよい。また、本発明のセラミック構造体の形状は特に限定されず、円柱形状でも角柱形状でも構わないが、通常、図1に示したように円柱形状のものがよく用いられている。

【0036】上述の通り、本発明のセラミック構造体は、接着剤未充填部分の上記セラミック構造体の端面からの深さが1mm以下であるので、セラミック構造体の端面において、多孔質セラミック部材と接着剤層とは略同一面を形成している。従って、上記接着剤層は多孔質セラミック部材の端部を補強する効果を有し、本発明のセラミック構造体は、移動や運搬の際の振動や衝突、及び、高圧水洗により再生処理を行う際の水圧等により、多孔質セラミック部材の端部に強い負荷がかかる場合であっても、多孔質セラミック部材の端部に欠けが発生することがなく、耐久性に優れたものとなる。

【0037】次に、本発明のセラミック構造体の製造方法について説明する。本発明のセラミック構造体の製造方法は、多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された多孔質セラミック部材が接着剤層を介して複数個結束され、上記貫通孔を隔てる隔壁が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成されたセラミック構造体の製造方法であって、上記多孔質セラミック部材の側面に、接着剤ペーストAを塗布し、上記接着剤ペーストAの上に他の多孔質セラミック部材を積層する工程を繰り返して、セラミック積層体を組み上げるセラミック積層体作製工程と、上記セラミック積層体の一部を切削し、セラミックブロックを作製するセラミックブロック作製工程と、上記多孔質セラミック部材間の接着剤層非形成部分に、接着剤が充填されていない接着剤未充填部分のセラミック構造体の端面からの深さが1mm以下となるように接着剤ペーストBを充填する接着剤ペースト充填工程と、上記セラミックブロックの外周部にシール材層を形成するシール材層形成工程とを含むことを特徴とする。

【0038】本発明では、初めに、セラミック成形体を作製する。この工程においては、セラミック粉末とバインダーと分散媒液とを混合して成形体作製用の混合組成物を調製した後、この混合組成物の押出成形を行うことにより、多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設されたセラミック成形体を作製し、この後、この成形体を乾燥させることにより分散媒液を蒸発させ、セラミック粉末と樹脂とを含むセラミック成形体を作製する。なお、このセラミック成形体には、少量の分散媒液が含まれていてもよい。

【0039】このセラミック成形体の形状は、図2に示した多孔質セラミック部材30とほぼ同形状であるほか、楕円柱状や三角柱状等任意の形状であってもよい。なお、本工程では、充填材32に相当する部分は空洞となっている。

【0040】上記セラミック粉末としては、上述した本発明のセラミック構造体で説明した通り、種々のセラミックが挙げられるが、これらのなかでは、耐熱性が大きく、機械的特性に優れ、かつ、熱伝導率も大きい炭化珪素が好ましい。また、上記セラミック粉末の粒径も特に限定されるものではないが、後の焼成工程で収縮の少ないものが好ましく、例えば、0.3~50μm程度の平均粒径を有する粉末100重量部と0.1~1.0μm程度の平均粒径を有する粉末5~65重量部とを組み合せたものが好ましい。

【0041】上記バインダーとしては特に限定されず、例えば、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ポリエチレングリコール、フェノール樹脂、エポキシ樹脂等を挙げることができる。上記バインダーの配合量は、通常、上記炭化珪素粉末100重量部に対して、1~10重量部程度が好ましい。

【0042】上記分散媒液としては特に限定されず、例えば、ベンゼン等の有機溶媒；メタノール等のアルコール、水等を挙げることができる。上記分散媒液は、上記樹脂の粘度が一定範囲内となるように、適量配合される。

【0043】次に、封口工程として、作製されたセラミック成形体の上記貫通孔を充填ペーストにより封口パターン状に封口する工程を行う。この際には、セラミック成形体の貫通孔に、封口パターン状に開孔が形成されたマスクを当接し、充填ペーストを上記マスクの開孔から上記貫通孔に侵入させることにより、充填ペーストで一部の貫通孔を封口する。

【0044】上記充填ペーストとしては、セラミック成形体の製造の際に使用した混合組成物と同様のものか、又は、上記混合組成物にさらに分散媒を添加したもののが好ましい。

【0045】次に、脱脂工程として、上記工程により作製されたセラミック成形体中の樹脂等を熱分解する工程を行う。この脱脂工程では、通常、上記セラミック成形体を脱脂用治具上に載置した後、脱脂炉に搬入し、酸素含有雰囲気下、400~650℃に加熱する。これにより、バインダー等の樹脂成分が揮散するとともに、分解、消失し、ほぼセラミック粉末のみが残留する。

【0046】次に、焼成工程として、脱脂したセラミック成形体を、焼成用治具上に載置して焼成する工程を行う。この焼成工程では、窒素、アルゴン等の不活性ガス雰囲気下、脱脂したセラミック成形体を2000~2200℃で加熱し、セラミック粉末を焼結させることにより、図2に示したような、多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された柱状の多孔質セラミック部材を製造する。

【0047】なお、脱脂工程から焼成工程に至る一連の工程では、焼成用治具上に上記セラミック成形体を載

せ、そのまま、脱脂工程及び焼成工程を行うことが好ましい。脱脂工程及び焼成工程を効率的に行うことができ、また、載せ代え等において、セラミック成形体が傷つくのを防止することができるからである。

【0048】次に、上記製造した多孔質セラミック部材の側面に、接着剤ペーストAを塗布し、上記接着剤ペーストAの上に他の多孔質セラミック部材積層する工程を繰り返して、セラミック積層体を組み上げるセラミック積層体作製工程を行う。

【0049】上記接着剤ペーストAとしては、通常、接着強度及び耐熱性に優れ、また、比較的熱伝導率も良好な、上記本発明のセラミック構造体において説明した接着剤層Aと同様の組成からなるもの、即ち、無機バインダー、有機バインダー、無機纖維、及び、無機粒子等からなるものを使用する。

【0050】このセラミック積層体作製工程においては、図5に示したように、断面がV字形状に構成された台60の上に載置した多孔質セラミック部材30の上側を向いた2つの側面30a、30bに上記接着剤ペーストAを、例えば、刷毛、スキージ、ロール等を用いて、多孔質セラミック部材30の両端部から1～10mm程度の接着剤ペースト非形成部分を残して印刷し、所定の厚さの接着剤ペースト層61を形成する。そして、この接着剤ペースト層61を形成してから、他の多孔質セラミック部材30を積層する工程を繰り返して行い、所定の大きさの角柱状のセラミック積層体を作製する。

【0051】ここで、上記接着剤ペースト層非形成部分を残して接着剤ペースト層61を形成する理由は、上記接着剤ペーストAを多孔質セラミック部材30の端面ぎりぎりまで印刷すると、他の多孔質セラミック部材30を積層する工程で、上記接着剤ペーストAが多孔質セラミック部材30の端面にはみ出し、貫通孔を塞いでしまうからである。

【0052】次に、このようにして作製したセラミック積層体を、例えば、50～150℃、1時間の条件で加熱して接着剤ペースト層61を乾燥、硬化させ、上記セラミック積層体の端面から1～10mm程度の深さの溝状の接着剤層非形成部分を有する接着剤層Aとした後、上記セラミック積層体の一部を切削し、上記セラミックブロックを作製するセラミックブロック作製工程を行う。作製するセラミックブロックの形状は特に限定されるものではないが、通常、円柱形状である。

【0053】上記セラミック積層体の一部を切削する方法としては特に限定されず、例えば、ダイヤモンドカッター等を用いて、上記セラミック積層体の外周部を切削する方法等を挙げることができる。

【0054】次に、上記多孔質セラミック部材間の接着剤層非形成部分に、上記接着剤ペーストBを充填する接着剤ペースト充填工程を行う。

【0055】上記接着剤ペーストBとしては、上記接着

剤ペーストAと同様の組成からなるものであってもよいが、無機バインダー、有機バインダー及び無機粒子を含むペーストであることが望ましい。接着剤ペーストBがこのような組成であると、熱伝導率が特に優れたものとなり、製造するセラミック構造体の端面の均熱性を向上させることができ、ヒーター等によるセラミック構造体の再生処理の際、殆どセラミック構造体の端面に温度分布が発生することなく、セラミック構造体の再生率を向上させることができるからである。

【0056】ここで、上記無機バインダー、有機バインダー及び無機粒子を含む接着剤ペーストBの熱伝導率が、上記接着剤ペーストAの熱伝導率よりも優れたものとなる理由は、明確ではないが、以下の通りであると考えられる。上述した通り、通常、接着剤ペーストAの組成は無機バインダー、有機バインダー、無機纖維及び無機粒子からなるペーストであり、接着剤ペーストBの組成との相違点は、無機纖維が含まれているか否かである。

【0057】このような組成からなる接着剤ペーストAにおいて、上記無機纖維は、上記無機バインダー及び有機バインダーと絡み合って存在し、この絡み合いの効果により、接着剤ペーストAは、その接着強度が優れたものとなり、また、上記無機粒子が上記無機纖維の表面及び内部に介在することで、接着剤ペーストAは、その熱伝導率が比較的良好なものとなる。

【0058】しかしながら、後述するが、この接着剤ペーストAは、多孔質セラミック部材間の接着剤層非形成部分に流し込むようにして充填するものであるため、充填の際の流動配向により、上記無機纖維は多孔質セラミック部材の側面に平行な方向に配向する。即ち、多孔質セラミック部材間を伝播する熱は、上記無機纖維の配向に垂直な方向に進行するため、配向した無機纖維が熱の進行を妨げるものと考えられる。一方、上記無機バインダー、有機バインダー及び無機粒子を含む接着剤ペーストBは、上記無機纖維が含まれていないため、多孔質セラミック部材間を熱が極めて良好に伝播し、熱伝導率が特に優れたものとなると考えられる。

【0059】なお、このような組成の接着剤ペーストBは、その組成中に無機纖維を含まないため、当然に、接着剤ペーストAに比べて多孔質セラミック部材同士を接着する接着力に劣るものとなる。しかしながら、多孔質セラミック部材間において、接着剤ペーストAは、多孔質セラミック部材間の両端部から数mmの僅かな部分に形成されているにすぎず、その他の大部分は、接着剤ペーストAが占めているため、多孔質セラミック部材同士の接着力は上記接着剤ペーストAが充分に確保し、接着強度が低下して製造するセラミック構造体に分解、破損等の問題が生じることはない。

【0060】上記接着剤ペーストBを多孔質セラミック部材間の接着剤層非形成部分に充填する方法としては特

に限定されず、例えば、充填部材を用いて接着剤ペーストBを上記接着剤層非形成部分に押し込むようにして充填する方法や、チューブ等に接着剤ペーストBを保持し、上記チューブの先端を上記接着剤層非形成部分に差し込み、接着剤層非形成部分に沿ってチューブを移動させながら充填する方法等を挙げることができる。

【0061】また、この接着剤ペースト充填工程において、接着剤層非形成部分に接着剤ペーストBを充填する量は、上記接着剤層非形成部分のセラミックブロックの端面からの深さに合わせて適宜調整されるが、セラミックブロックの端面から充填した接着剤ペーストBの端面までの深さが1mm以下となるように調整する必要がある。セラミックブロックの端面から接着剤ペーストBの端面までの深さが1mmを超えると、製造されるセラミック構造体の移動や運搬の際の振動や衝突、及び、高压水洗によりセラミック構造体の再生処理を行う際の水圧等により、多孔質セラミック部材の端部に欠けが発生してしまう。

【0062】また、上記充填した接着剤ペーストBは、セラミックブロックの端面から若干盛り上がっていてもよく、この場合、セラミックブロックの端面から接着剤ペーストBの端面までの高さは、0.5mm以内であることが望ましい。上記高さが0.5mmを超えると、接着剤ペーストBが多孔質セラミック部材の貫通孔の内部にはみ出し、貫通孔が目詰まりとなる場合がある。また、後述するが、多孔質セラミック部材の端面にマスキング材を貼り付けてセラミック構造体を製造する場合、上記マスキング材を剥離することが困難となる。

【0063】上記充填部材としては特に限定されず、様々な形態のものを挙げることができるが、例えば、図3に示したような、円柱状の芯材22の上下及び左右に板状のハネ部材21が、芯材22の長軸方向に平行に取り付けられた構造のものを挙げることができる。なお、図3(a)は、上記充填部材の一例を模式的に示した斜視図であり、(b)は、その正面図である。

【0064】芯材22としては特に限定されず、例えば、樹脂、金属、セラミック、ゴム等からなるものを挙げることができ、また、その形状も円柱状に特に限定されず、角柱状のものであってもよい。また、そのサイズも特に限定されず、セラミックブロックの大きさに合わせて適宜調整される。

【0065】ハネ部材21は弾性体であることが望ましい。後で説明するが、充填部材20を用いて接着剤ペーストBを接着剤層非形成部分に充填する際に、セラミックブロック表面を傷つけないようにするためである。また、ハネ部材21のサイズは特に限定されず、セラミックブロックの大きさに合わせて適宜調整され、また、その数も4つに限定されず、3つ以下であってもよく、5つ以上であってもよい。

【0066】上記弾性体としては特に限定されず、例え

ば、ステレン・ブタジエンゴム、ブタジエンゴム、インプレンゴム、クロロブレンゴム、ウレタンゴム、シリコーンゴム等の合成ゴムやポリイソブチレン、ポリエチレン等のエラストマー、発泡ポリウレタン、発泡ポリスチレン、発泡ポリエチレン、発泡ポリプロピレン等のプラスチック発泡体、その他、天然ゴム、スポンジゴム等を挙げることができる。

【0067】このような充填部材20を用いて、接着剤層非形成部分に接着剤ペーストBを充填する方法としては、例えば、まず、一または二以上のハネ部材21の主面に接着剤ペーストBを保持させ、この接着剤ペーストBを保持したハネ部材21の長辺部分をセラミックブロックの端面に当接させる。そして、充填部材20を回転させ、セラミックブロックの端面にハネ部材21を擦り付けるようにしながら、ハネ部材21を接着剤層非形成部分に沿って移動させ、セラミックブロックの端面近傍に形成された接着剤層非形成部分に接着剤ペーストBを充填する方法を挙げることができる。

【0068】ここで、上記セラミック積層体作製工程の前に、予め多孔質セラミック部材の両端面にマスキング材を貼り付けておき、上記接着剤ペースト充填工程において、セラミックブロックの端面に存在する上記マスキング材の上から、接着剤ペーストBを塗布し、接着剤層非形成部分に接着剤ペーストBを充填する方法が望ましい。多孔質セラミック部材の端面に接着剤ペーストBがはみ出した場合、はみ出した接着剤ペーストBが貫通孔を塞ぐことを確実に防止することができるからである。

【0069】上記マスキング材としては特に限定されず、例えば、基材フィルム上に粘着剤を塗布したもの

を挙げることができる。

【0070】上記基材フィルムとしては特に限定されず、例えば、紙、布、樹脂等からなるものを挙げることができるが、耐熱性に優れることから樹脂製の基材フィルムであることが望ましい。このような樹脂製の基材フィルムのなかでは、PETフィルムであることが最も望ましい。耐熱性及び耐久性に特に優れるからである。

【0071】また、上記粘着剤としては特に限定されず、例えば、ポリイソブチレン、SBR、ブチルゴム、クロロブレンゴム等のゴム系粘着剤、その他、アクリル系粘着剤等を挙げることができる。

【0072】次に、接着剤層非形成部分に接着剤ペーストBを充填したセラミックブロックの外周部にシール材層を形成するシール材層形成工程を行うことで、本発明のセラミック構造体の製造を終了する。

【0073】上記シール材層を形成する方法としては特に限定されず、例えば、回転手段を備えた支持部材を使用し、上記セラミックブロックをその回転軸方向に軸支、回転させ、上記シール材層となるシール材ペーストの塊を、回転しているセラミックブロックの外周部に付着させる。そして、板状部材等を用いてシール材ペース

トを引き延ばし、シール材ペースト層を形成し、この後、例えば、120℃以上の温度で乾燥させることにより、水分を蒸発させることで、セラミックブロックの外周部にシール材層を形成する方法を挙げることができる。なお、このシール材ペースト層の乾燥工程において、前工程で接着剤層非形成部分に充填した接着剤ペーストBも同時に乾燥される。

【0074】上記シール材ペーストとしては特に限定されず、例えば、上記接着剤ペーストAと同様の組成からなるペーストを挙げることができる。

【0075】以上説明した本発明のセラミック構造体の製造方法の各工程を実施することで、接着剤未充填部分のセラミック構造体の端面からの深さが1mm以下であるセラミック構造体を製造することができる。即ち、本発明のセラミック構造体の製造方法を用いることにより、移動や運搬の際の振動や衝突、及び、高圧水洗によりセラミック構造体の再生処理を行う際の水圧等により、セラミック構造体を構成する多孔質セラミック部材の端部に強い負荷がかかった場合であっても、上記端部に欠けが発生する事がない、耐久性に優れたセラミック構造体を製造することができる。

#### 【0076】

【実施例】以下に実施例を掲げて本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれら実施例のみに限定されるものではない。

#### 【0077】実施例1

平均粒径10μmのα型炭化珪素粉末70重量部、平均粒径0.7μmのβ型炭化珪素粉末30重量部、メチルセルロース5重量部、分散剤4重量部、水20重量部を配合して均一に混合することにより、原料の混合組成物を調製した。この混合組成物を押出成形機に充填し、押出速度1000mm/m inにてハニカム形状の炭化珪素成形体を作製した。この炭化珪素成形体は、図2に示した多孔質セラミック部材30とほぼ同様であり、その大きさは33mm×33mm×300mmで、貫通孔の数が31/cm<sup>2</sup>で、隔壁の厚さが0.35mmであった。

【0078】この炭化珪素成形体をマイクロ波や熱風による乾燥機を用いて乾燥させ、炭化珪素成形体乾燥体とし、この乾燥体に、上記混合組成物と同成分の充填剤ペーストを用いて、炭化珪素焼結体の貫通孔の所定箇所に充填剤を充填した後、450℃で脱脂し、さらに、2200℃で加熱焼成することで多孔質炭化珪素部材を製造した。

【0079】次に、上記多孔質炭化珪素部材の両端面に、粘着剤として熱硬化性ゴム系粘着剤を塗布したPETフィルムからなるマスキング材（日東電工社製：No.315）を貼り付けた。

【0080】次に、無機バインダーとしてシリカゾル（ゾル中のSiO<sub>2</sub>の含有量：30重量%）18重量

%、有機バインダーとしてカルボキシメチルセルロース4重量%、無機纖維としてシリカーアルミナセラミックファイバー（ショット含有率3%、纖維長0.1～100mm）36重量%、無機粒子として炭化珪素粒子24重量%、及び、水18重量%を混合、混練して接着剤ペーストを調製した。

【0081】次に、製造した多孔質炭化珪素部材の側面に、端面から5mmの接着剤ペースト非形成部分を残して上記接着剤ペーストを塗布して接着剤層を形成し、この接着剤層の上に他の多孔質炭化珪素部材を積層した後、接着層の形成から多孔質炭化珪素部材の積層までの工程を繰り返して、縦4個、横4個の多孔質炭化珪素部材を組み上げた後、100℃、1時間で乾燥、硬化させ、セラミック積層体を作製した。

【0082】そして、この作製したセラミック積層体をダイヤモンドカッターを用いて、直径143mmの円柱状に切削してセラミックブロックを作製した。なお、このセラミックブロックの端面近傍に形成された接着剤層非形成部分の最大深さは、5mmであった。

【0083】次に、上記セラミックブロックの端面に存在するマスキング材の上から上記接着剤層非形成部分に、図3に示した充填部材を用いて上記接着剤ペーストを充填した。

【0084】そして、上記セラミックブロックの外周部に上記接着層と同じ組成からなるシール材ペースト層を形成し、上記シール材ペースト層の乾燥を行いシール材層とした後上記マスキング材を剥離することで、多孔質炭化珪素からなるセラミック構造体を製造した。本実施例1に係るセラミック構造体の端面の接着剤未充填部分の最大深さは、1mmであった。

#### 【0085】実施例2

接着剤層非形成部分に、無機バインダーとしてシリカゾル（ゾル中のSiO<sub>2</sub>の含有量：30重量%）25重量%、有機バインダーとしてカルボキシメチルセルロース5重量%、無機粒子として炭化珪素粒子45重量%、及び、水25重量%を混合、混練して調製した接着剤ペーストBを用いたほかは、実施例1と同様にしてセラミック構造体を製造した。本実施例2に係るセラミック構造体の端面の接着剤未充填部分の最大深さは、1mmであった。

#### 【0086】比較例1

多孔質炭化珪素部材の端面にマスキング材を貼り付けず、この多孔質炭化珪素部材を組み上げる際に、接着剤ペーストを多孔質炭化珪素部材の略端面にまで塗布し、接着剤ペースト層を形成したほかは、実施例1と同様にして多孔質炭化珪素からなるセラミック構造体を製造した。なお、比較例1に係るセラミック構造体の端面の接着剤未充填部分の最大深さは、2mmであった。

#### 【0087】比較例2

50 接着剤ペースト充填工程を行わなかったほかは、実施例

1と同様にしてセラミック構造体を製造した。なお、比較例2に係るセラミック構造体の端面の接着剤未充填部分の最大深さは、5mmであった。

【0088】実施例1、2及び比較例1、2に係るセラミック構造体の端面に存在する貫通孔の目詰まりの有無、欠けの発生の有無、耐久性、及び、端面の均熱性について以下の方法により評価し、その結果を下記表1に示した。

【0089】(1) 目詰まりの有無

製造した各セラミック構造体の端面に存在する貫通孔に、目詰まりが発生しているか否かについて目視により確認した。

【0090】(2) 欠けの発生の有無

製造した各セラミック構造体の移動や運搬の際の振動や衝突で、セラミック構造体を構成する多孔質炭化珪素部\*

	接着剤未充填部分の深さ(mm)	目詰まりの有無	欠け又はクラックの有無		温度差(℃)
			振動、衝突時	高圧水洗時	
実施例1	1	無	無	無	50
実施例2	1	無	無	無	25
比較例1	2	有	無	無	70
比較例2	5	無	有	有	100

【0094】表1に示した結果から明らかのように、実施例1及び2に係るセラミック構造体は、その端面に存在する貫通孔に目詰まりが発生することなく、また、上記セラミック構造体を移動や運搬の際の振動や衝突、及び、高圧水洗処理時の水圧によって、多孔質炭化珪素部材に欠けが発生することのない耐久性に優れたものであった。一方、比較例1に係るセラミック構造体は、該セラミック構造体を移動や運搬の際の振動や衝突、及び、高圧水洗処理時の水圧によって、多孔質炭化珪素部材に欠けが発生しない耐久性に優れたものであったが、貫通孔に目詰まりが発生していたため、フィルタとしてのパティキュレートの捕集効率に劣るものであった。また、比較例2に係るセラミック構造体は、貫通孔に目詰まりは確認されることはなかったが、上記セラミック構造体を移動や運搬の際の振動や衝突、及び、高圧水洗処理時の水圧によって、多孔質炭化珪素部材に欠けが発生し、耐久性に劣るものであった。

【0095】また、表1に示した通り、各セラミック構造体の端面を900℃まで加熱し、その端面における最高温度と最低温度との温度差を測定した結果、実施例2に係るセラミック構造体の端面における温度差は、25℃であり略均一に加熱されていたが、実施例1及び比較例1に係るセラミック構造体の端面における温度差は、50～70℃であり、若干の温度分布が確認された。また、比較例2に係るセラミック構造体の端面における最高温度と最低温度との温度差は、100℃であり、はっきりと温度分布が確認された。

【0096】

【発明の効果】以上、説明した通り、本発明のセラミック構造体は、接着剤未充填部分の上記セラミック構造体の端面からの深さは、1mm以下であるので、上記接着剤層は多孔質セラミック部材の端部を補強する効果を呈し、上記多孔質セラミック部材の端部に強い負荷がかかった場合であっても、上記端部に欠けが発生することのない、耐久性に優れたものとなる。

\*材の端部の角部に欠けが発生しているか否かを目視により確認した。

【0091】(3) 耐久性の評価

製造した各セラミック構造体に、セラミック構造体の再生処理時に高圧水洗と同様の10MPaの水圧で水洗処理を施すことにより、各セラミック構造体を構成する多孔質炭化珪素部材の端部に欠けが発生するか否かを目視により確認した。

【0092】(4) 端面の均熱性の評価

10 製造した各セラミック構造体の端面をヒーターを用いて900℃まで加熱し、その端面における最高温度と最低温度とをサーモピュアにより測定し、温度分布が発生するか否かを確認した。

【0093】

【表1】

ク構造体は、接着剤未充填部分の上記セラミック構造体の端面からの深さは、1mm以下であるので、上記接着剤層は多孔質セラミック部材の端部を補強する効果を呈し、上記多孔質セラミック部材の端部に強い負荷がかかった場合であっても、上記端部に欠けが発生することのない、耐久性に優れたものとなる。

【0097】また、本発明のセラミック構造体の製造方法は、上述した通りであるので、接着剤未充填部分のセラミック構造体の端面からの深さが1mm以下であるセラミック構造体を製造することができる。即ち、本発明のセラミック構造体の製造方法を用いることにより、セラミック構造体を構成する多孔質セラミック部材の端部に強い負荷がかかった場合であっても、上記端部に欠けが発生することがない、耐久性に優れたセラミック構造体を製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】セラミック構造体の一実施形態を模式的に示した斜視図である。

40 【図2】(a)は、セラミック構造体を構成する多孔質セラミック部材を模式的に示した斜視図であり、(b)は、その接着剤未充填部分—接着剤未充填部分線断面図である。

【図3】(a)は、接着剤層非形成部分に接着剤ペーストを充填する際に使用する充填部材の一例を模式的に示した斜視図であり、(b)は、その正面図である。

【図4】(a)は、従来のセラミック構造体の端面近傍を模式的に示した部分拡大断面図であり、(b)は、本発明のセラミック構造体の端面近傍を模式的に示した部分拡大断面図である。

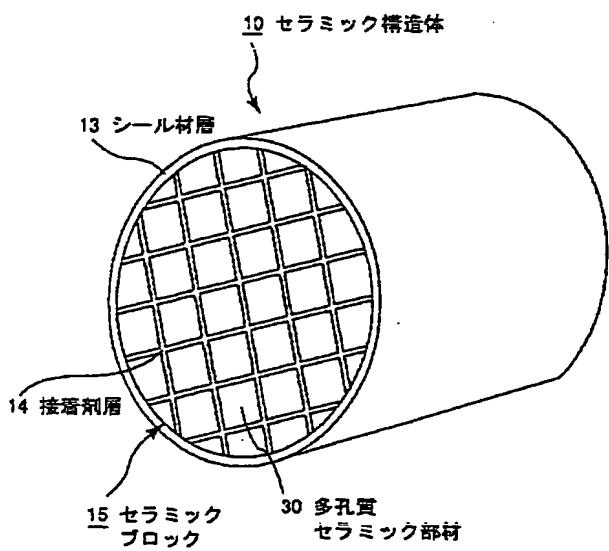
【図5】セラミック積層体を作製する様子を示した説明図である。

【符号の説明】

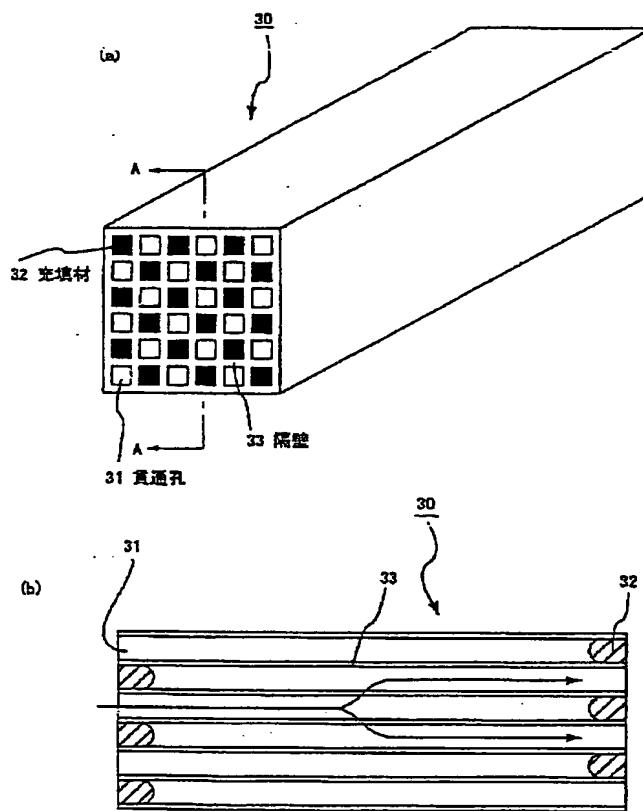
- 1 0 セラミック構造体
- 1 3 シール材層
- 1 4 接着剤層
- 1 5 セラミックブロック
- 1 6 接着剤未充填部分
- 2 0 充填部材

- 2 1 ハネ部
- 2 2 芯材
- 3 0 多孔質セラミック部材
- 3 1 貫通孔
- 3 2 充填材
- 3 3 隔壁
- 6 0 台
- 6 1 接着剤層

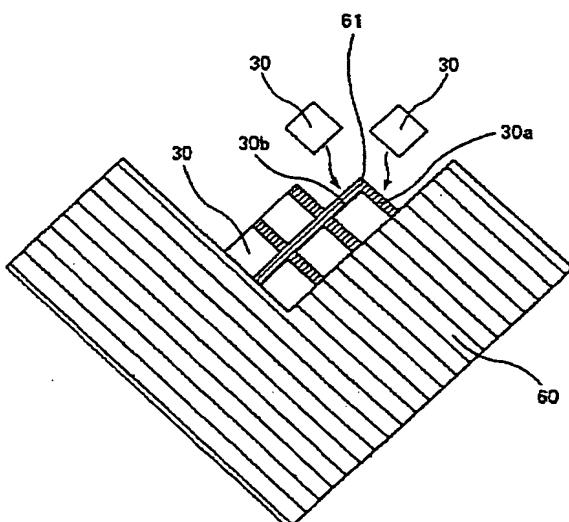
【図1】



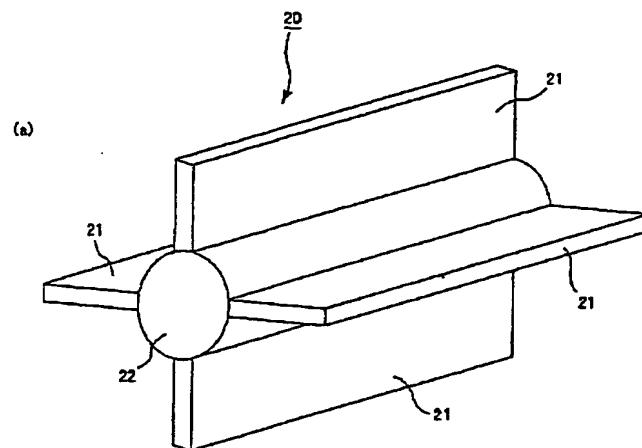
【図2】



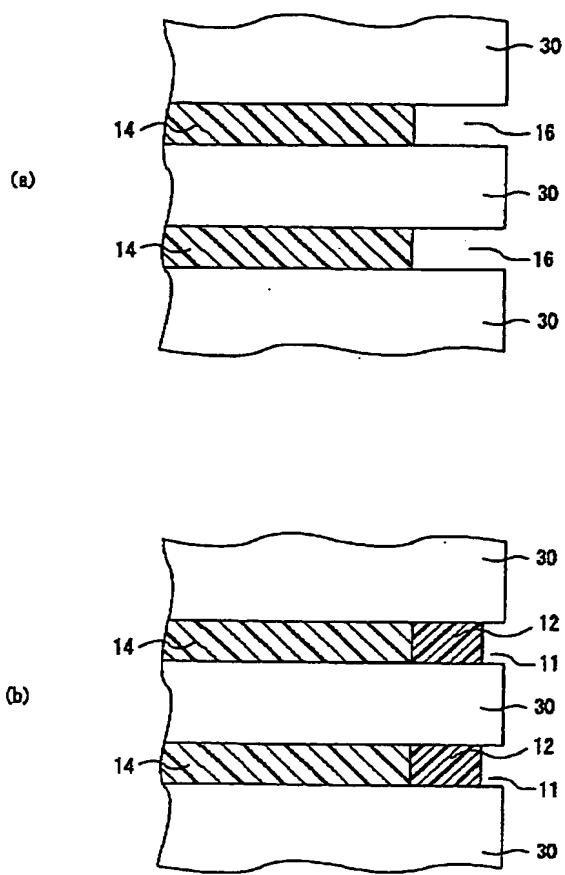
【図5】



【図3】



【図4】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**